

Pengaruh Variasi Kecepatan Stiring dan Temperatur Sintering terhadap Perubahan Struktur Mikro dan Fase Material Sensor Gas TiO₂

Della Dewi Ratnasari, Hariyati Purwaningsih S.Si, M.Si

Teknik Material & Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: hariyati@mat-eng.its.ac.id

Abstrak—Penelitian material untuk sensor gas ini menggunakan bahan dasar TiO₂ dan zat pelarut H₂SO₄ pekat 98% . Metode pembentuk sol-gel dilakukan dengan sampel di stiring menggunakan magnetic stirrer selama 2,5 jam, kecepatan 600, 700 dan 800 rpm dengan temperatur 200 ° C hingga terbentuk gel. Drying dilakukan selama 1 jam dengan temperatur 350 ° C, proses kalsinasi selama 1 jam temperatur 500 °C. Proses selanjutnya serbuk TiO₂ dikompaksi dengan tekanan 200 bar agar terbentuk padatan / pellet. Sintering dilakukan pada temperatur 700 °C selama 1 jam. Karakterisasi material dilakukan dengan alat uji Scanning Electron microscope (SEM) dan X-ray diffraction (XRD) untuk menganalisa perubahan struktur mikro & fase material keramik TiO₂. Berdasarkan hasil pengujian difraksi sinar-x (XRD), variasi stiring 600 rpm, 700 rpm & 800 rpm telah merubah fase anatase (raw material) menjadi unstabil fase orthohombik (TiOSO₄). Sintering pada temperatur 700 ° C telah menyebabkan unstabil fase TiOSO₄ menjadi stabil fase TiO₂ anatase. Sintesa sol-gel stiring 700 rpm dan 800 rpm dilanjutkan sintering 700 °C menyebabkan reduksi kation Titanium. Berdasarkan hasil SEM, proses sol-gel dapat mereduksi raw material menjadi 130 nm pada kecepatan stiring 700 rpm temperatur operasi 200 °C selama 150 menit.

Kata Kunci—sensor gas TiO₂, Sol-gel, Sintering, Stiring, SEM, XRD

I. PENDAHULUAN

Saat ini kerusakan lingkungan akibat kemajuan teknologi semakin tidak bisa dikendalikan, terutama kerusakan lingkungan udara/polusi udara. Hampir semua kegiatan manusia membuang limbah ke udara. Manusia bernafas pun membuang limbah ke udara, selain itu ada limbah dari sepeda motor, mobil, truk, bis, limbah asap dari hasil proses industri, limbah udara dari kegiatan rumah tangga dll. Sehingga tidak bisa dipungkiri lagi semakin hari semakin tercemar. Apalagi udara merupakan hal yang sangat vital bagi manusia. Jika kondisi udara buruk maka kesehatan masyarakat pun akan buruk juga

Titanium oksida dikenal tidak toksik (non toxic), memiliki stabilitas termal cukup tinggi, dan kemampuannya dipergunakan berulang kali tanpa kehilangan aktivitas

katalitiknya. Sebagaimana oksida logam yang lain, peningkatan sifat mekanik, sifat elektronik dan sifat katalitik TiO₂ dapat diupayakan melalui pembentukannya dalam skala molecular atau dikenal sebagai nanopartikel (Iis Fatimah., 2006). Sehingga titanium dioksida merupakan material yang baik jika diaplikasikan sebagai sensor gas. Dari penelitian sebelumnya material keramik TiO₂ ditingkatkan sensitivitasnya menggunakan doping logam mulia (platina, perak), nikel, PbO, Bi₂O₃, Na₂CO₃.10H₂O sehingga dapat terjadi aliran elektron dari pita valensi ke pita konduksi akibat penambahan material dopant yang difungsikan sebagai tangga. Namun berbeda dengan penelitian ini, sebab tidak memberikan tambahan doping. [1]

Sedangkan untuk proses sintesis yang dipakai menggunakan metode sol-gel. Teknik sol-gel adalah teknik kimia basah untuk pembuatan bahan (biasanya logam oksida) mulai dari larutan kimia yang bereaksi untuk menghasilkan partikel koloid nanosize (atau sol) yang bertindak sebagai prekursor. Kelebihan menggunakan metode sol gel yaitu, kehomogenan yang lebih baik, kemurnian yang tinggi, suhu relatif rendah, tidak terjadi reaksi dengan senyawa sisa, kehilangan bahan akibat penguapan dapat diperkecil, mengurangi pencemaran udara.[2]

Sementara di lain pihak masih sedikit sekali penelitian yang bergerak mengenai sensor gas. Material keramik juga masih sedikit sekali pengaplikasiannya dibidang sensor. Padahal sensor gas merupakan hal vital bagi masyarakat sebagai indikator kesehatan lingkungan udara bagi masyarakat. Sehingga hal tersebutlah yang melatar belakangi untuk menganalisa perubahan struktur mikro & fase sensor gas dari material keramik TiO₂ menggunakan metode sol-gel dengan variasi kecepatan stiring dan variasi temperatur sintering.

II. METODE PENELITIAN

A. Prosedur Pembentukan Sol-Gel

Material sensor TiO₂ berbentuk serbuk, untuk memperoleh nano partikel maka dilakukan proses sol gel dengan pelarut

H_2SO_4 pekat (98 %). TiO_2 ditimbang menggunakan neraca analitik 4 gram dimasukkan pada beaker glass kemudian ditambahkan H_2SO_4 24 ml. Setelah itu direndam selama 3 hari, agar partikel zat terlarut dan pelarut dapat saling berdifusi. Kemudian diaduk sehingga terbentuk solution, lalu di stiring dengan temperatur 200 °C selama 2,5 jam menggunakan 3 variasi kecepatan, yaitu 600 rpm, 700 rpm, 800 rpm, sehingga terbentuk zat pekat berwarna putih yang disebut gel.

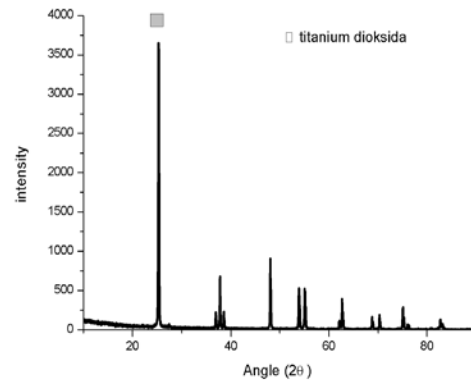
B. Drying dan Kalsinasi

Drying adalah proses penguapan cairan yang terkandung dalam gel sampai kering sehingga dapat berbentuk serbuk. Gel dipanaskan dalam furnace menggunakan cawan tanpa penutup cawan, agar uap dapat keluar. Drying dilakukan selama 1 jam dengan temperatur 350 °C. Setelah dingin, cawan dikeluarkan dari furnace kemudian di gerus menggunakan mortar dan pestle agar gumpalan yang terbentuk menjadi halus seperti serbuk. Serbuk setelah drying di uji menggunakan SEM dan XRD agar dapat diketahui perubahan struktur kristal setelah proses stiring. Kalsinasi adalah proses untuk menghilangkan semua zat yang tidak dibutuhkan dari dalam butiran gel.[3] Dalam penelitian ini untuk menghilangkan zat sisa dari larutan H_2SO_4 yang sudah diuapkan melalui drying. Kalsinasi dilakukan pada temperatur 500 °C selama 1 jam di dalam furnace. Setelah dingin, spesimen dikeluarkan dari furnace lalu di gerus agar gumpalan-gumpalan yang terbentuk setelah proses kalsinasi berubah menjadi serbuk-serbuk yang halus. Kemudian di karakterisasi menggunakan SEM dan XRD untuk mengetahui ukuran butir dan struktur yang terbentuk.

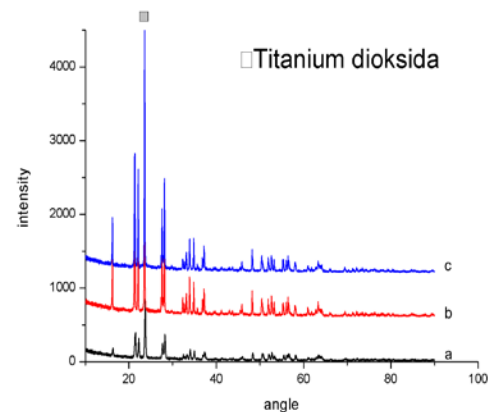
C. Proses Pembuatan Pelet & Sintering

Proses pembuatan bulks sensor gas TiO_2 dari serbuk dilakukan dengan kompaksi dari serbuk TiO_2 yang sudah dikalsinasi. Proses pembentukkan dengan cara serbuk TiO_2 dimasukkan dalam die kemudian dipasang pada mesin kompaksi kemudian diberi tekanan. Setelah dilakukan kompaksi serbuk membentuk green body yang sesuai dengan bentuk cetakan yang diinginkan. Kemudian pellet tersebut disintering, proses sintering tujuannya adalah agar terjadi proses difusi antar partikel supaya menyatu, dan terbentuk material yang padat.[4] Kompaksi pada serbuk TiO_2 dilakukan setelah proses kalsinasi dengan tekanan 20 Mpa atau setara dengan 200 bar.[5]

Setelah di kompaksi maka terbentuklah pelet berupa padatan (seperti kepingan uang), namun masih mudah pecah karena belum ada ikatan antar butir. Sehingga perlu dilakukan sintering agar mendapatkan energi untuk membentuk ikatan antar butir, sebab diberi kesempatan untuk berdifusi. Sintering dilakukan dengan meletakkan pelet di dalam cawan kemudian di panaskan dengan temperatur, yaitu 700 °C selama 1 jam. Setelah dingin, spesimen dikeluarkan dari furnace kemudian dilakukan uji karakterisasi material yaitu, SEM dan XRD.



Grafik 1. Hasil Pengujian XRD TiO_2 murni



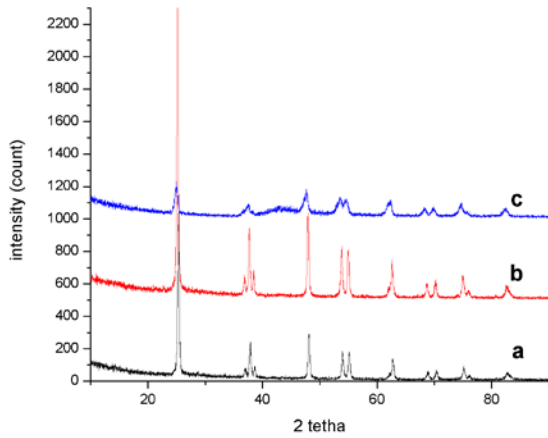
Grafik 2. Hasil pengujian difraksi sinar-x (XRD) serbuk TiO_2 setelah kalsinasi dengan variasi kecepatan (a)600 rpm (b)700 rpm (c)800 rpm

III. ANALISA DATA & PEMBAHASAN

A. Pengujian Difraksi Sinar-X (XRD)

Hasil pengujian XRD titanium dioksida murni (raw material) menyatakan bahwa memiliki single fase anatase, sesuai dengan nomor PDF 01-076-3177. Dengan struktur kristal tetragonal dan rumus kimianya adalah titanium dioksida (TiO_2). Proses selanjutnya adalah stiring dengan 3 variasi kecepatan yaitu 600 rpm, 700 rpm & 800 rpm selama $\pm 2-3$ jam dengan temperatur operasi 200 °C. Namun tidak ada data mengenai pengujian XRD gel dikarenakan gel bersifat basah & PH-nya rendah (asam) karena menggunakan H_2SO_4 sebagai pelarutnya. Untuk menghilangkan zat pelarut dilakukan drying temperatur 350 °C selama 1 jam. Namun dari hasil drying belum didapatkan serbuk yang benar-benar kering sehingga tidak dapat dilakukan pengujian XRD. Proses selanjutnya di kalsinasi untuk menghilangkan zat-zat sisa dari pelarut dengan temperatur 500 °C selama 1 jam. Hasilnya adalah serbuk yang sudah kering, namun terjadi agglomerasi (saling menggumpal), kemudian dilakukan pengujian XRD dengan data hasil pengujian pada grafik 2.

Setelah dikalsinasi serbuk hasil sol-gel di uji XRD. Dari hasil uji XRD fase yang dimiliki ke-3 spesimen serbuk dengan variasi 600 rpm, 700 rpm & 800 rpm adalah sama yaitu



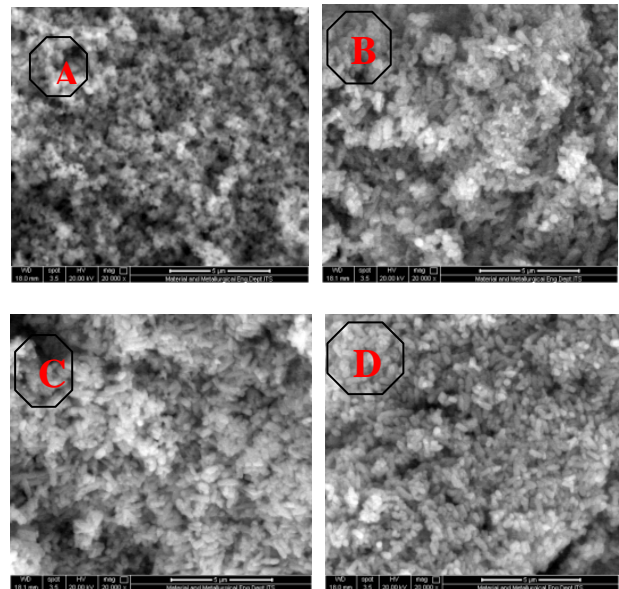
Gambar 3. Hasil pengujian difraksi sinar-x (XRD) pellet variasi kecepatan stiring (a)600 rpm (b)700 rpm (c)800 rpm sintering temperatur 700°C.

Tabel 1. Analisa hasil pengujian XRD pellet kecepatan stiring 600, 700, 800 rpm temperatur sintering 700°C

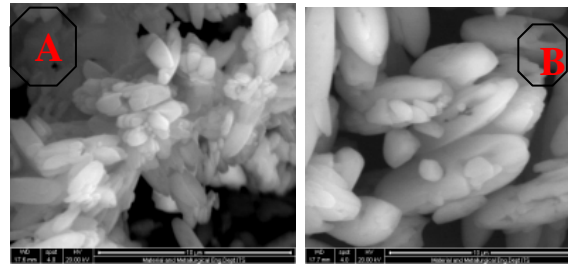
Variasi kecepatan stiring (rpm)	fase	2θ	FWHM (degree)	B (radian) (10 ⁻³)	D (nm)	ε (10 ⁻³)
600	Anatase	25.313	0.289	5,245721	264,7464	5,38
700	anatase	25.1396	0.276	5,028165	276,107	5,6376
800	anatase	47,7233	0,3346	6,01423	246,3635	3,20

titanium oksida sulfat (TiOSO₄) dengan nomor PDF 00-049-0467. Struktur kristalnya adalah orthorhombic (tidak stabil), sedangkan struktur kristal titanium dioksida adalah tetragonal dalam keadaan stabil. Untuk membentuk pelet dikompaksi dengan tekanan 200 bar holding time selama 5 menit. Hasilnya adalah pelet dengan diameter 14 mm dan tebal 4 mm. Kemudian pelet di sintering temperatur 700 ° C holding timenya 1 jam. Bertujuan terbentuk ikatan antar butir agar lebih kuat namun tidak menghilangkan porositas seluruhnya. Untuk mengetahui fase, peak, struktur kristal, rumus kimia, crystal size, mikrostrain dilakukan pengujian XRD dan analisa peak broadening.

Pelet dengan variasi kecepatan stiring 600 rpm & sintering 700 ° C memiliki fase anatase dengan struktur kristal tetragonal, rumus kimianya TiO₂ dengan nomor PDF 01-071-1167. Variasi pelet dengan kecepatan stiring 700 rpm sintering dengan temperatur 700° C memiliki fase yang sama yaitu anatase dan struktur kristal tetragonal. Namun memiliki nomor PDF yang berbeda 01-086-115 dan mengalami reduksi kation titanium sehingga rumus kimianya menjadi Ti_{0,72}O₂. Hal tersebut bisa terjadi karena proses sintering/pemanasan sehingga terjadi vacancy kation. Kombinasi antara kecepatan stiring 700 rpm dan variasi temperatur sintering 700° C memungkinkan terjadinya deficien metal (titanium) sehingga rumus kimianya menjadi Ti_(1-x)O₂. Pelet 800 rpm sintering 700° C memiliki fase anatase dengan sistem kristal tetragonal,



Gambar 4. Hasil pengujian SEM (a)raw material (b)drying kecepatan stiring 600 rpm (c)drying kecepatan stiring 700 rpm (d)drying kecepatan stiring 800 rpm perbesaran 20000 x



Gambar 5. Hasil pengujian SEM serbuk setelah kalsinasi kecepatan stiring (a) 600 rpm (b)700 rpm (c) 800 rpm

nomor PDFnya 01-086-1156. Spesimen ini sama seperti pelet 700 rpm sintering 700 rpm, mengalami reduksi kation titanium dalam senyawanya akibat proses pemanasan (sintering) sehingga rumus kimianya menjadi Ti_{0,78}O₂

B. Pengujian Scanning Electron Microscope (SEM)

TiO₂ memiliki sifat alami selalu menggumpal dalam bentuk serbuk. Dari hasil SEM perbesaran 150 x terlihat adanya gumpalan. Sedangkan dari hasil SEM perbesaran 20000 x dapat diketahui bentuk butir-butir TiO₂ (raw material) seperti bulatan-bulatan kecil dengan fasenya anatase.

Tahapan selanjutnya adalah proses drying temperatur 350°C selama 1 jam dengan tujuan untuk menghilangkan kandungan air. Setelah proses drying / pengeringan, dilakukan pengujian SEM untuk mengetahui morfologi material secara mikro. Dari uji SEM dapat dilihat pada gambar 4.6 bahwa proses stiring

(sol-gel) dengan pelarut asam sulfat dapat mereduksi ukuran butir TiO_2 dan terjadi perubahan bentuk butir dari bulat-bulat menjadi capsule. Hal ini juga dapat dilihat dari hasil XRD bahwa ada penurunan nilai ukuran kristal. Dari variasi 600 rpm, 700 rpm & 800 rpm tidak ada perbedaan yang mencolok dari serbuk hasil dryingnya, sama-sama menggumpal & sedikit bewarna kekuningan. Namun secara makro ukuran butir 800 rpm terlihat paling kecil & paling halus.

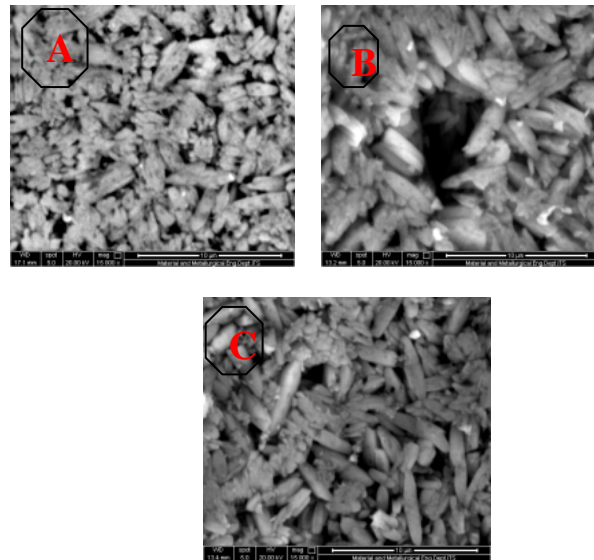
Spesimen dengan variasi stiring 600 rpm memiliki butir yang paling kasar ± 700 -900 nm. Hal ini dipengaruhi oleh kecepatan stiring sehingga semakin lambat putaran, benturan antar butir rendah sehingga reduksi ukuran butir tidak maksimal. Sedangkan untuk spesimen dengan variasi kecepatan stiring 700 rpm & 800 rpm memiliki ukuran yang tidak jauh berbeda. Ukuran terkecil serbuk variasi stiring 700 rpm adalah 132 nm dan serbuk variasi stiring 800 rpm 143 nm, rangnya juga tidak jauh berbeda hingga ± 600 – 700 nm ukuran serbuk yang paling besar. Namun dari gambar SEM terlihat adanya gumpalan-gumpalan besar serbuk 700 rpm. Sehingga serbuk 700 rpm memiliki homogenitas yang kecil, karena memiliki ukuran serbuk yang besar dan ada yang kecil (tidak homogen). Sedangkan serbuk 600 rpm walaupun ukuran butirnya lebih besar namun lebih homogen. Serbuk dengan variasi kecepatan stiring 800 rpm selain memiliki ukuran serbuk yang kecil dan juga homogenitasnya tinggi. Pelet yang sudah dibentuk melalui kompaksi 200 bar, dilakukan uji SEM untuk mengetahui kontur permukaan (morfologi). Dari spesimen dengan variasi kecepatan stiring 600 rpm, 700 rpm & 800 rpm menghasilkan kontur permukaan yang berbeda. Spesimen pelet dengan variasi 600 rpm memiliki porositas yang besar & banyak bahkan ada ada lubang/porous yang berukuran 20 mikrometer. Untuk pelet dengan variasi kecepatan stiring 700 rpm memiliki banyak lubang/ porous berukuran 1 mikrometer hingga 5 mikrometer. Sedangkan pelet dengan variasi kecepatan stiring 800 rpm lebih padat (compact) dan memiliki sedikit porositas. Porositas di permukaan juga disebabkan oleh adanya benturan pelet dengan benda lain atau kontak dengan tangan sehingga ada sedikit bagian dari pelet yang terlepas. Hal ini dapat terjadi karena sifat pelet titanium dioksida yang mudah retak dan hancur (getas).

Setelah dilakukan tahapan sintering yang merupakan peristiwa penghilangan pori-pori antara partikel bahan, pada saat yang sama terjadi penyusutan komponen, dan diikuti oleh pertumbuhan grain serta peningkatan ikatan antar partikel yang berdekatan, sehingga menghasilkan bahan yang lebih mampat/kompaksi. Setelah proses sintering butiran titanium dioksida semakin tidak beraturan dapat dilihat di Gambar 7.

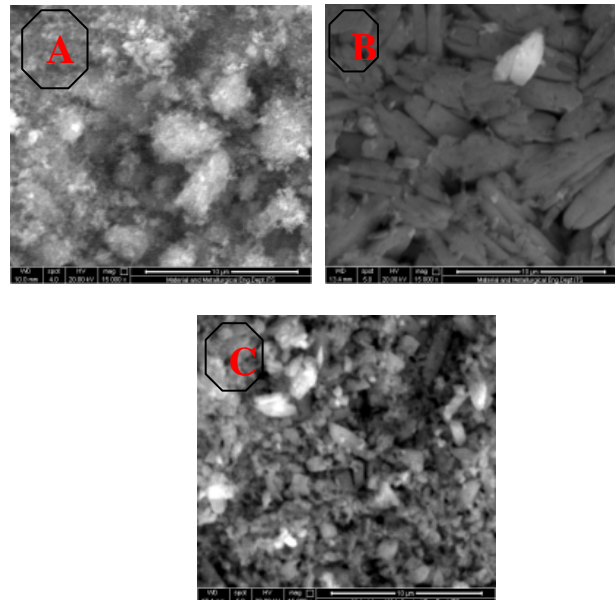
IV. KESIMPULAN

Dari penelitian ini dapat ditarik kesimpulan bahwa :

- Metode sol-gel pada material keramik TiO_2 yang dilarutkan dengan asam sulfat pekat (H_2SO_4 98 %) menghasilkan struktur mikro TiO_2 berbentuk kapsul seperti butiran beras.
- Mekanisme sol-gel menghasilkan unstabil fase TiOSO_4 orthohombik.



Gambar 6. Hasil SEM pelet variasi kecepatan (a)600 rpm (b)700 rpm (c)800 rpm perbesaran 15000 x



Gambar 7. Hasil SEM pelet variasi kecepatan stiring (a)600 (b)700 (c)800 rpm sintering 700°C perbesaran 15000x

Variasi kecepatan stiring mampu mereduksi ukuran serbuk hingga 130 nanometer pada variasi kecepatan stiring 700 rpm, temperature operasi 200°C selama 2,5 jam.

- Proses sintering mampu merubah unstabil fase menjadi anatase pada variasi temperatur 700°C
- Metode sol-gel dengan variasi kecepatan stiring 700 rpm & 800 rpm kemudian dilanjutkan sintering dengan variasi temperature 700°C dapat mereduksi kation titanium (vacancy kation).

V. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada ALLah SWT yang memberikan kesempatan dan kemudahan untuk dapat menyelesaikan jurnal ini.

Ucapan terima kasih kepada orang tua penulis atas

dukungan dan doanya.

Ucapan terima kasih untuk dosen pembimbing ibu hariyati Purwaningsih atas bimbingan dan kesabarannya.

Ucapan terima kasih untuk Dino Kusuma Wardhana, Amd atas bantuan dan dukungannya juga kepada keluarga penulis, Watik Istanti, Agus Wiyono dan Setyawan hary Prasetyo.

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu atas selesainya jurnal ini. Semua pihak yang tidak bisa di ucapkan satu per satu.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Fatimah. Is, "Dispersi TiO_2 ke dalam SiO_2 -montmorillonit : Efek Jenis Prekursor". Jurnal Penelitian Sainstek, Vol.14, No.1, April 2009
- [2] Fernandez, Benny Rio. Akan di publikasikan
- [3] Herhady. R Didiek, Sukarsono. R, Masduki. Busron, "Pengaruh Suhu Kalsinsi Dalam Tungku Jenis Fluidized BED terhadap Sifat Fisi Kernel U_3O_8 ", Jurnal Kimia Indonesia, Vol.2(1), 2007, h.37-41
- [4] Ramlan, Bama. Akhmad Aminuddin, "Pengaruh Suhu dan Waktu Sintering terhadap Sifat Bahan Porselen untuk Bahan Elektrolit Padat (Komponen Elektronik)", Jurnal Penelitian Sains, Vol. 14(3B) 14305, Juli 2011
- [5] Radecka. Martha, dkk, " TiO_2 based Nanopowders for Gas Sensor", Jurnal Ceramics Materials, 62, 4, 2010, 545-549